

# Application News

## No. C110

LC/MS  
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

### 直接离子法 DART 的应用 (III) 使用 LCMS-2020 对米糠中的脂质进行快速分析

Application of Direct Analysis in Real Time (Part 3)  
Rapid Analysis of Fatty Acids in Rice Bran Using LCMS-2020

DART (Direct Analysis in RealTime) 是一种对样品进行直接离子化的方法。应用报告 C109 中介绍了无需预处理的食物中脂质快速分析的示例。本文将向您介绍对预处理非常繁琐的米糠中的脂质进行分析的示例。

米糠中约含 18~20% 的油, 通过压榨或浸出而制取米糠油。米糠油中多价不饱和脂肪酸亚麻酸较少, 因此抗氧化稳定性好, 而且营养价值高。因为胚芽部分含有大量米糠油, 所以萃取时需要使用己烷等有机溶剂进行预处理, 繁琐耗时。本次分析使用 DART 离子化方法, 在不进行萃取溶剂等预处理的情况下, 直接对米糠的脂质进行分析。

#### 米糠的分析条件

Analytical Conditions for Rice Bran

所测样品为含表 1 所示的脂肪酸的米糠。



图 1 用于测定的米糠  
Rice Bran Used for Measurements

表 1 所测米糠的主要脂肪酸成分

Primary Fatty Acids in the Rice Bran Used for Analysis	
十四烷酸	0.3 %
亚麻酸	1.1 %
棕榈酸	17 %
亚油酸	33.4 %
油酸	44 %
硬脂酸	1.7 %

本次分析使用了 DART-SVP (IonSense Inc 公司, MA, USA) 离子源和单四极杆质谱仪 LCMS-2020。LCMS-2020 配置了最高速度达 15,000 u/sec 的超快速扫描功能和 15 msec 的超快速极性转换功能, 在  $m/z$  50-1500 的大范围, 一秒钟内可进行多次正负极性切换扫描。由此可同时检测到甘油三酯 (正离子模式) 和脂肪酸 (负离子模式) 的双极性质谱。

表 2 分析条件  
Analytical Conditions

DART 加热温度	: 200, 300, 400 °C
扫描模式	: $m/z$ 50-1500 (正/负)
雾化气流速	: 1.5 L/min.
干燥气流速	: 5.0 L/min.
接口温度	: 350 °C
DL 温度	: 250 °C
加热模块温度	: 400 °C

#### 米糠中脂质的分析

Analysis of Lipids in Rice Bran

图 2 为米糠的质谱图。在 DART 加热器加热到 200 °C 下, 通过负离子质谱确认到亚油酸等脂肪酸的峰。图 3 为  $m/z$  170~320 的放大图油酸、亚油酸以及棕榈酸的峰清晰可见。在  $m/z$  269 还存在糖的峰。

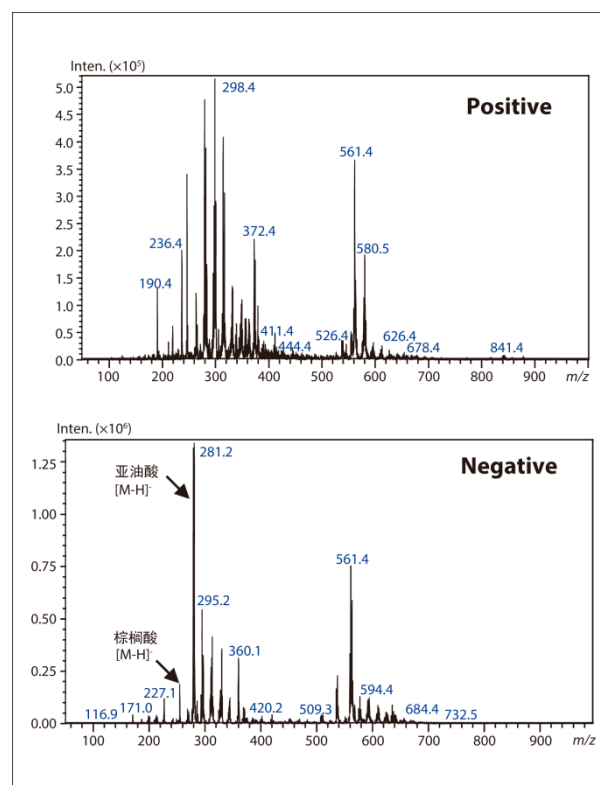


图 2 米糠的质谱图 (加热温度 200 °C)  
Mass Spectra of Rice Bran (200 °C DART heating temperature)

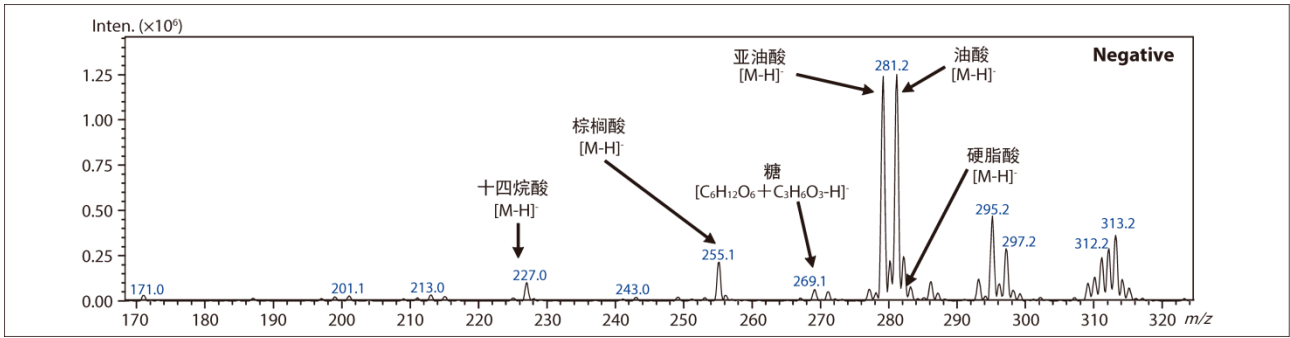


图3 米糠的质谱图 (加热温度 200 °C)  
Mass Spectra of Rice Bran (200 °C DART heating temperature)

图4为在400 °C的加热温度下得到的质谱图。由图可知，200 °C下没有检测到的甘油二酯等脂质的峰（图中的甘油三酯脂肪酸仅显示组合）在正离子模式质谱图中可以确认。通过正离子在  $m/z$  540~650、800~920 范围的放大谱图可以确认到含油酸、亚油酸的甘油二酯和甘油三酯。由此可知，与负离子模式检测到的脂肪酸信号相比（图3）存在相关性。

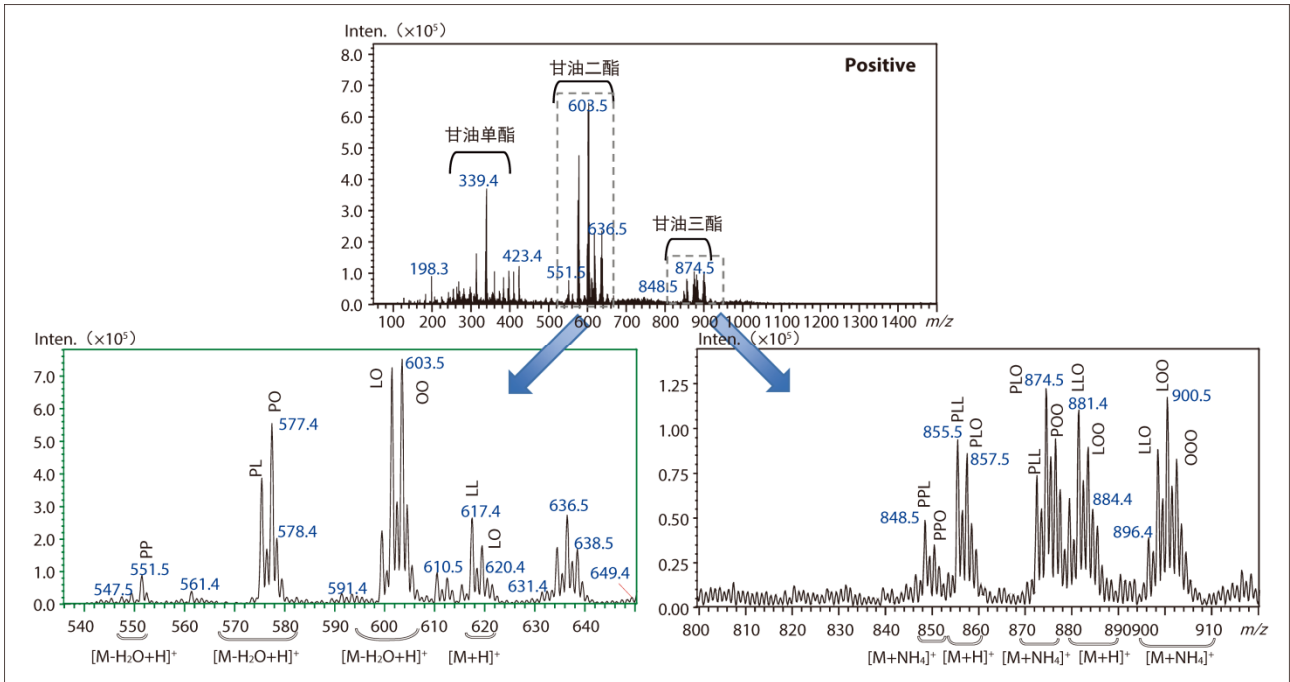


图4 米糠的质谱图 (加热温度 400 °C)  
Mass Spectra of Rice Bran (400 °C heating temperature)

为得到脂肪酸、糖和脂质的最佳加热温度和重复性，在三种温度下进行了三次重复测定。图5为亚油酸、单糖、甘油三酯（LOO）的萃取色谱图。由图可知，在200~300 °C的较低温度下可以高灵敏度检测到脂肪酸，在400 °C以上的高温下可以高灵敏度检测到糖和甘油三酯。信号强度也可得到良好的重复性。

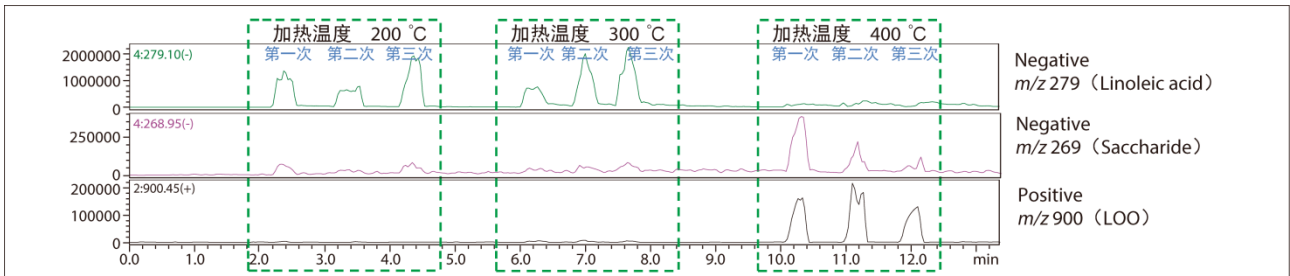


图5 提取离子流色谱图 (加热温度 200-400 °C)  
Extracted Ion Chromatogram (DART heating temperature between 200 and 400 °C)

\* DART 是 IonSense 公司的产品。

鸣谢

米糠样品由公益财团法人日本食品油脂检查协会和田俊先生（国立大学法人 东京海洋大学名誉教授）提供，并协助我们进行了数据分析，在此深表感谢。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2015年10月